

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—9028

⑤ Int. Cl.³
C 07 C 49/83
45/42

識別記号

庁内整理番号
7824—4H
7824—4H

⑬ 公開 昭和55年(1980)1月22日

発明の数 2
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑭ 新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法

⑯ 特 願 昭53—81433

⑰ 出 願 昭53(1978)7月6日

⑱ 発 明 者 塩入孝之
名古屋市昭和区鶴舞3—18—14⑲ 発 明 者 河合伸高
東京都文京区千駄木2—5—9

⑳ 発 明 者 伴正敏

岐阜市加納栄町通り5丁目40番地

㉑ 出 願 人 塩入孝之

名古屋市昭和区鶴舞3—18—14

㉒ 出 願 人 株式会社三和化学研究所

名古屋市東区東外堀町2丁目3番地

㉓ 代 理 人 弁理士 佐々木功

明 細 書

1. 発明の名称 新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法

2. 特許請求の範囲

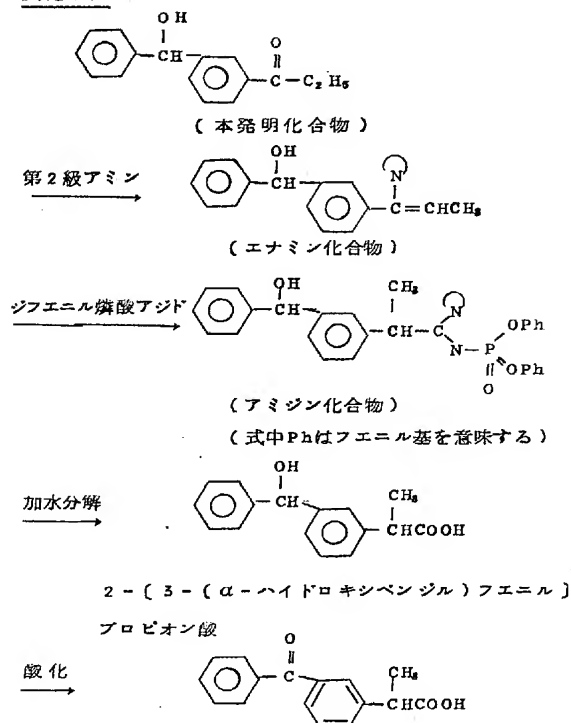
1. 新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン。2. 3'-プロモプロピオフェノンエチレンアセタールとn-ブチルリチウムとを反応せしめ、更にベンズアルデヒドを反応させ、生成物を加水分解することを特徴とする新規の3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノンの製法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は、新規物質である3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン及びその製法に係る。

本発明に依る化合物は、次の反応式Iにて示されるように、消炎鎮痛剤として有用な公知化合物である2-(3-ベンゾイルフェニル)プロピオン酸製造のための出発物質として極めて有用である。

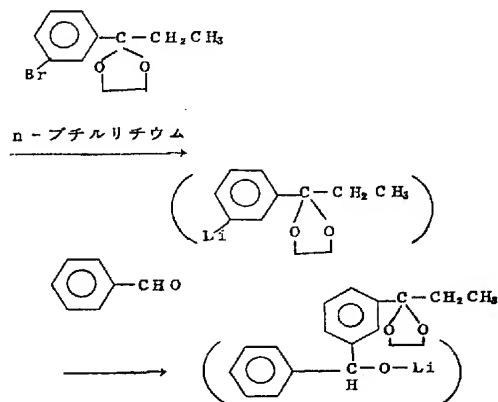
反応式 I



2-(3-ベンゾイルフェニル)プロピオン酸

本発明に依る化合物は、次の反応式Ⅱにて示されるように、3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールとn-ブチルリチウムとを反応せしめ、更にベンズアルデヒドと反応させ、生成物を加水分解することにより製造することができる。

反応式Ⅱ



- 3 -

3'-ブロモプロピオフェノン10.65gと、エチレングリコール8.3mlと、P-トルエンスルホン酸0.48gとをベンゼン100ml中に添加し、コップの装置にて7時間逆流処理する。反応生成物にベンゼン100mlを添加し、飽和重炭酸ナトリウム水溶液にて洗浄し、硫酸マグネシウム上にて乾燥した後減圧濃縮し、残渣を減圧蒸留すれば、無色油状物質として目的化合物11.32g(収率88%)が得られる。

沸 点 94~96℃(3mmHg)

元素分析 $C_{11}H_{13}O_2Br$

計 算 $C 51.38 \quad H 5.10$

実 測 $C 51.28 \quad H 5.08$

NMR スペクトル: $CCl_4 \quad \delta$ ppm

0.88 (3H, t, $J=7.2\text{Hz}$ CH_2CH_3)

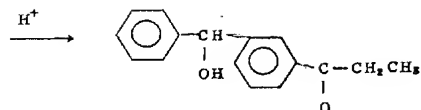
1.80 (2H, q, $J=7.2\text{Hz}$ CH_2CH_3)

3.8 (4H, m, $-O-CH_2-CH_2-O-$)

7.5~6.9 (4H, m, 芳香族H)

実施例

3'-(α -ヒドロキシベンジル)プロピオフェノン

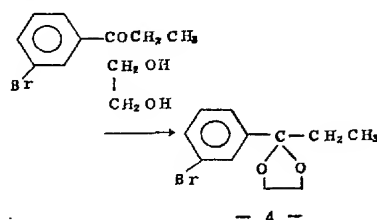


原料物質である3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールは、プロピオフェノンから容易に合成できる(Org.Synth.Colec, Vol.120)3'-ブロモプロピオフェノンとエチレングリコールとを反応せしめることにより製造することができる。

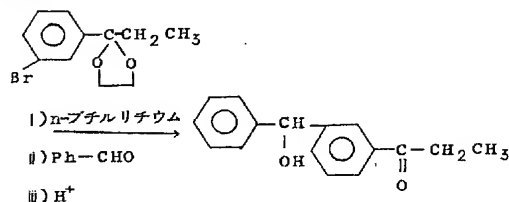
次に参考例及び実施例に関連して本発明を更に詳細に説明する。

参考例

3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタールの製造



の製造



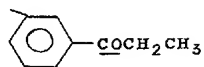
窒素ガス気流下に、ドライアイスとメチルアルコールとの混合物にて冷却しつつ3'-ブロモプロピオフェノンエチレンアセタール(参考例記載の方法にて製造したもの)10.28g(0.04モル)の無水テトラヒドロフラン50ml溶液にn-ブチルリチウム(14.5~17%)のヘキサン溶液31.8mlを30分間で添加し、次いで2時間に亘り攪拌する。しかる後にベンズアルデヒド4.2gを添加し更に1.5時間に亘り攪拌する。次いで、10%硫酸溶液50mlを添加し室温において1.5時間攪拌し、エーテル抽出し、水洗し、硫酸ナトリウムにて乾燥し、エーテルを留去し、残渣を減圧下に蒸留すれば目的生成物7.6g(収率79.2%)が得られ

る。

沸 点 175~182℃/0.1mmHg

IRスペクトル $\nu_{\text{max}}^{\text{neat}}$ cm^{-1} :3440 $\text{Ph}-\text{CH}-\text{OH}$

1690

NMRスペクトル (CDCl_3) δ ppm:1.07 (3H, t, $J=6.7\text{Hz}$, CH_3)2.8 (2H, q, $J=6.7\text{Hz}$, CH_2)

3.8 (1H, 幅広, OH)

5.7 (1H, s, $\text{Ph}-\text{CH}-\text{OH}$)

8.2~7.1 (9H, m, 芳香族)

特許出願人 塩入孝之

同 株式会社 三和化学研究所

代理人 弁護士 佐々木 功